

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ  
РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР

ФЕРРОСИЛИКОЦИРКОНИЙ

Методы определения меди

Ferrosilicozirconium. Methods for  
determination of copperГОСТ  
17001.7—86Взамен  
ГОСТ 17001.7—71

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24 ноября  
1986 г. № 3512 срок действия установлен

с 01.01.88  
до 01.01.98

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения меди в ферросиликоцирконии при массовой доле ее от 0,1 до 4,0%.

### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 13020.0—75.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—73.

### 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

#### 2.1. Сущность метода

Метод основан на реакции взаимодействия меди с диэтилдитиокарбаматом натрия с образованием окрашенного в желтовато-коричневый цвет комплексного соединения и последующем измерении его оптической плотности. Влияние мешающих компонентов — циркония, титана, алюминия, железа и других устраняют связыванием их в тартратный комплекс.

#### 2.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1:1.



Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845—79, раствор с массовой концентрацией 500 г/дм<sup>3</sup>.

Натрия N, N, — диэтилдитиокарбамат по ГОСТ 8864—71, водный раствор с массовой концентрацией 1 г/дм<sup>3</sup>.

Желатин по ГОСТ 23058—78, раствор с массовой концентрацией 5 г/дм<sup>3</sup>; 0,5 г желатина помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, прибавляют 30—40 см<sup>3</sup> воды и оставляют на 1 ч при комнатной температуре, периодически перемешивая. Затем стакан помещают в нагретую до кипения воду и при перемешивании растворяют желатин, после чего доливают водой до 100 см<sup>3</sup> и вновь перемешивают. Применяют свежеприготовленный раствор.

Лакмусовая индикаторная бумага.

Медь по ГОСТ 859—78.

*Стандартные растворы меди*

Раствор А: 0,1000 г меди помещают в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup> и растворяют в 10 см<sup>3</sup> разбавленной азотной кислоты. Затем прибавляют 10 см<sup>3</sup> разбавленной серной кислоты и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты. Соли растворяют в 100 см<sup>3</sup> воды. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация меди в растворе А равна 0,0001 г/см<sup>3</sup>.

Раствор Б: 25 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовая концентрация меди в растворе Б равна 0,000025 г/см<sup>3</sup>.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску ферросиликоциркония массой, установленной в зависимости от массовой доли меди по табл. 1, помещают в платиновую чашку или чашку из стеклоуглерода, прибавляют 10 см<sup>3</sup> разбавленной серной кислоты, 7—10 см<sup>3</sup> фтористоводородной кислоты, 5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и выпаривают раствор до появления паров серной кислоты.

Таблица 1

Массовая доля меди, %	Навеска, г	Объем колбы, см <sup>3</sup>	Дликоотная часть, см <sup>3</sup>	Масса меди в дликоотной части, мг
От 0,1 до 0,5	0,5	100	10	0,05—0,25
Св. 0,5 » 2,0	0,2	100	5	0,05—0,20
» 2,0 » 4,0	0,1	100	5	0,10—0,20

Остаток в чашке охлаждают, стенки чашки обмывают холодной водой и вновь выпаривают содержимое до появления обильных паров серной кислоты. После охлаждения приливают 20 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Раствор охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Раствор в колбе доливают до метки водой и перемешивают. При необходимости раствор фильтруют.

Аликвотную часть, взятую в соответствии с табл. 1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора виннокислого калия-натрия, 5 см<sup>3</sup> раствора желатина, раствор аммиака до изменения окраски индикаторной бумаги в синий цвет и затем еще 2 см<sup>3</sup> раствора аммиака в избыток. Раствор охлаждают, прибавляют 4 см<sup>3</sup> водного раствора диэтилдитиокарбамата натрия, доводят до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектродетекторе в области светопропускания от 420 до 470 нм или на спектрофотометре при длине волны 453 нм. Раствором сравнения служит вторая аликвотная часть исследуемого раствора, к которой прибавляют все реактивы за исключением раствора диэтилдитиокарбамата натрия.

Массу меди находят по градуировочному графику после вычитания значения оптической плотности раствора контрольного опыта из значения оптической плотности раствора пробы или методом сравнения со стандартными образцами ферросиликоциркония, близкими по составу к анализируемому ферросиликоцирконию и проведенными через все стадии анализа.

### 2.3.2. Построение градуировочного графика

В пять колб из шести вместимостью по 100 см<sup>3</sup> помещают 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и 10,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора Б, что соответствует 0,00005; 0,0001; 0,00015; 0,0002 и 0,00025 г меди.

Во все колбы приливают все необходимые для фотометрирования реактивы в той же последовательности и в тех же количествах как указано в п. 2.3.1.

В качестве раствора сравнения применяют раствор шестой колбы, не содержащий стандартного раствора Б, с добавлением всех реактивов за исключением диэтилдитиокарбамата натрия.

## 2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю меди ( $X$ ) в процентах, определенную методом градуировочного графика, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1}{m} \cdot 100,$$

где  $m_1$  — масса меди в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески, соответствующая аликвотной части, г.